

P18214.P04

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant :K. ARAI et al.

Serial No. :Not Yet Assigned

Filed :Concurrently Herewith

For : CERAMIC COMPOSITE AND MANUFACTURING METHOD THEREOF



CLAIM OF PRIORITY

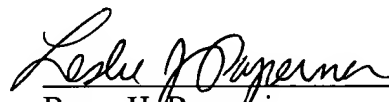
3

Commissioner of Patents and Trademarks
Washington, D.C. 20231

Sir:

Applicant hereby claims the right of priority granted pursuant to 35 U.S.C. 119 based upon Japanese Application No. 10-340459, filed November 30, 1998. As required by the Statute, a certified copy of the Japanese application is being submitted herewith.

Respectfully submitted,
K. ARAI et al.


Bruce H. Bernstein
Reg. No. 29,027

Reg. No. 33,329

November 30, 1999
GREENBLUM & BERNSTEIN, P.L.C.
1941 Roland Clarke Place
Reston, VA 20191
(703) 716-1191

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

JC690 U.S. PTO
09/450511



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1 9 9 8 年 1 1 月 3 0 日

出 願 番 号

Application Number:

平成 1 0 年 特 許 願 第 3 4 0 4 5 9 号

出 願 人

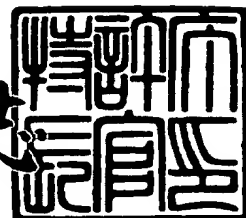
Applicant (s):

旭光学工業株式会社

1 9 9 9 年 6 月 2 5 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

伴 佐 山 建 志



出 証 番 号 出 証 特 平 1 1 - 3 0 4 5 3 2 7

【書類名】 特許願

【整理番号】 10P117

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C04B 38/00
A61L 27/00
A61K 06/033

【発明の名称】 セラミックス複合体の製造方法およびセラミックス複合体

【請求項の数】 17

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都板橋区前野町 2 丁目 3 6 番 9 号 旭光学工業株式会社内

 【氏名】 新井 薫

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都板橋区前野町 2 丁目 3 6 番 9 号 旭光学工業株式会社内

 【氏名】 額額 昌洋

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都板橋区前野町 2 丁目 3 6 番 9 号 旭光学工業株式会社内

 【氏名】 松島 麻子

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都板橋区前野町 2 丁目 3 6 番 9 号 旭光学工業株式会社内

 【氏名】 中須 正議

【特許出願人】

 【識別番号】 000000527

 【氏名又は名称】 旭光学工業株式会社

 【代表者】 松本 徹

【代理人】

【識別番号】 100091292

【弁理士】

【氏名又は名称】 増田 達哉

【電話番号】 3595-3251

【選任した代理人】

【識別番号】 100091627

【弁理士】

【氏名又は名称】 朝比 一夫

【電話番号】 3595-3251

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 007593

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9200540

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 セラミックス複合体の製造方法およびセラミックス複合体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 複数のセラミックス成形体が接合されてなるセラミックス複合体の製造方法において、

前記セラミックス成形体の接合面に接合用セラミックスの一次粒子が分散したスラリーを介在させて焼結することを特徴とするセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 2】 前記セラミックス複合体は気孔率が相異なる前記セラミックス成形体が接合されてなる請求項 1 に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 3】 前記セラミックス複合体は同じ材料からなる前記セラミックス成形体が接合されてなる請求項 1 または 2 に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 4】 前記セラミックス成形体の少なくとも 1 つが気孔率 15～70%である請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 5】 前記セラミックス成形体の少なくとも 1 つはリン酸カルシウム系化合物からなる請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 6】 前記セラミックス成形体の少なくとも 1 つは Ca/P 比が 1.0～2.0 のリン酸カルシウム系化合物からなる請求項 5 に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 7】 前記セラミックス成形体の少なくとも 1 つはハイドロキシアパタイトからなる請求項 5 または 6 に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 8】 前記接合用セラミックスは前記セラミックス成形体のうち少なくとも 1 つを構成するセラミックス原料と同一である請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 9】 前記接合用セラミックスは前記スラリー中に 0.1～20 vol%含まれる請求項 1 ないし 8 のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方

法。

【請求項 10】 前記接合用セラミックスの粒径が $0.05 \sim 0.5 \mu\text{m}$ である請求項 1 ないし 9 のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 11】 前記接合用セラミックスはリン酸カルシウム系化合物である請求項 1 ないし 10 のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 12】 前記接合用セラミックスは Ca/P 比が $1.0 \sim 2.0$ のリン酸カルシウム系化合物である請求項 11 に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 13】 前記接合用セラミックスはハイドロキシアパタイトである請求項 11 または 12 のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 14】 前記焼結は無加圧焼結法により行う請求項 1 ないし 13 のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 15】 前記焼結は $900 \sim 1300^\circ\text{C}$ で行われる請求項 1 ないし 14 のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【請求項 16】 複数のセラミックス成形体が接合されてなるセラミックス複合体において、

請求項 1 ないし 15 のいずれかに記載の方法により製造されることを特徴とするセラミックス複合体。

【請求項 17】 骨補填材として用いられる請求項 16 に記載のセラミックス複合体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】

本発明は、セラミックス複合体、とくに医療用途に適用可能なセラミックス複合体の製造方法およびかかる方法により製造されるセラミックス複合体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

セラミックスの中でもリン酸カルシウム系セラミックスの 1 種であるハイドロ

キシアパタイトは、骨の無機成分と同様の構造であるため優れた生体適合性を有し、人工歯根や骨補填材、歯科用セメント等の生体材料として利用されている。

【0003】

このようなハイドロキシアパタイトは、緻密体、顆粒状体、あるいは任意の気孔率を有する多孔体等に成形されて臨床的に応用されている。

ところが、ハイドロキシアパタイトの緻密体は、インプラント材料として必要な強度を備える反面、血液等の体液の流通性に乏しいため、体内に埋設された場合に周囲の骨組織との結合性に劣るという問題があった。これに対し、多孔体は、気孔を通じて血液等の体液の流通が可能であり、その周囲に新たな骨細胞が形成され易く骨組織との結合性に優れる一方、インプラント材料として十分な強度を維持することが難しいという問題があった。

【0004】

このため、異なる気孔率を有するハイドロキシアパタイトの成形体を複合化させることにより、ハイドロキシアパタイトの特性を改良することが試みられている。

【0005】

複合化の方法として、例えば、緻密質および多孔質のセラミックス成形体を別々に作製した後、焼き嵌め等により接合させる方法が提案されている（特許第1677470号）。ところが、かかる方法によれば、収縮率がほとんど相違しない成形体どうしを接合させることは困難であった。さらに、各成形体の嵌合部分の形状を熱による寸法変化等を考慮して設定しなければならず、各成形体の密度、寸法の調整等が困難であり、さらに、嵌め合いが可能である成形体の形状には制限があった。

【0006】

また、樹脂を含む接着剤や、中間層等の異なる性質をもつ相を介在させて成形体どうしを接合する方法等も提案されている。

このような方法によれば、上記焼き嵌めによる場合に比べ、接合させる成形体の材料、形状等に制限されないが、十分な接合強度を得、さらに接合強度を長期間維持させることは困難であった。また、上記接着剤等を含む複合体を体内に適

用した場合に、樹脂成分や中間層成分等の残留、溶出等により生体安全性や生体親和性が損なわれる懸念があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、簡易な方法で、生体親和性および生体安全性に優れ、かつ必要な強度を備えるセラミックス複合体を得ることができるセラミックス複合体の製造方法およびかかる方法により製造されるセラミックス複合体を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

このような目的は、下記(1)～(17)の本発明により達成される。

【0009】

(1) 複数のセラミックス成形体が接合されてなるセラミックス複合体の製造方法において、

前記セラミックス成形体の接合面に接合用セラミックスの一次粒子が分散したスラリーを介在させて焼結することを特徴とするセラミックス複合体の製造方法

【0010】

(2) 前記セラミックス複合体は気孔率が相異なる前記セラミックス成形体が接合されてなる上記(1)に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0011】

(3) 前記セラミックス複合体は同じ材料からなる前記セラミックス成形体が接合されてなる上記(1)または(2)に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0012】

(4) 前記セラミックス成形体の少なくとも1つが気孔率15～70%である上記(1)ないし(3)のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0013】

(5) 前記セラミックス成形体の少なくとも1つはリン酸カルシウム系化合物

物からなる上記（１）ないし（４）のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0014】

（６） 前記セラミックス成形体の少なくとも１つはCa/P比が1.0～2.0のリン酸カルシウム系化合物からなる上記（５）に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0015】

（７） 前記セラミックス成形体の少なくとも１つはハイドロキシアパタイトからなる上記（５）または（６）に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0016】

（８） 前記接合用セラミックスは前記セラミックス成形体のうち少なくとも１つを構成するセラミックス原料と同一である上記（１）ないし（７）のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0017】

（９） 前記接合用セラミックスは前記スラリー中に0.1～20vol%含まれる上記（１）ないし（８）のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0018】

（１０） 前記接合用セラミックスの粒径が0.05～0.5 μ mである上記（１）ないし（９）のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0019】

（１１） 前記接合用セラミックスはリン酸カルシウム系化合物である上記（１）ないし（１０）のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0020】

（１２） 前記接合用セラミックスはCa/P比が1.0～2.0のリン酸カルシウム系化合物である上記（１１）に記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0021】

（１３） 前記接合用セラミックスはハイドロキシアパタイトである上記（１１）または（１２）のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0022】

(14) 前記焼結は無加圧焼結法により行う上記(1)ないし(13)のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0023】

(15) 前記焼結は900～1300℃で行われる上記(1)ないし(14)のいずれかに記載のセラミックス複合体の製造方法。

【0024】

(16) 複数のセラミックス成形体が接合されてなるセラミックス複合体において、

上記(1)ないし(15)のいずれかに記載の方法により製造されることを特徴とするセラミックス複合体。

【0025】

(17) 骨補填材として用いられる上記(16)に記載のセラミックス複合体。

【0026】

【発明の実施の形態】

以下、本発明のセラミックス複合体の製造方法について詳細に説明する。

本発明は、複数のセラミックス成形体が接合されてなるセラミックス複合体の製造方法であって、セラミックス成形体の接合面に接合用セラミックスの一次粒子が分散したスラリーを介在させて焼結することを特徴とする。

【0027】

これにより、セラミックス成形体が強固に接合され、かつ接合面をもたず連続的に一体化したセラミックス複合体を得ることができる。

【0028】

接合されるセラミックス成形体は、その性状について同質のものであっても異質のものであってもよいが、本発明では、例えば気孔率が相異なるセラミックス成形体を接合することが好ましい。

【0029】

気孔率が異なるセラミックス成形体を接合することにより、セラミックス複合

体は、1個のものでありながら部分ごとに必要な機能を発揮し得るようにすることが出来る。

例えば頸椎、脊椎等に移植される椎体スペーサ、骨補填材において、骨や組織と接し、骨誘導を促進させる必要がある部分を体液の流通性を可能とするため気孔率を大きくし、一方、移植部の形状や位置を保持または支持する部分を十分な強度の確保のために気孔率を小さくすること等が可能である。

【0030】

接合される各セラミックス成形体は、公知のいずれの方法により製造されたものであってもよい。緻密質のセラミックス成形体は、例えば、公知の湿式法あるいは乾式法で得られたセラミックス原料粉末を用い、金型プレス、ラバープレス等で加圧成形し、所定温度で焼結すること等により得られる。

【0031】

一方、多孔質のセラミックス成形体は、公知の湿式法あるいは乾式法で得られたセラミックス原料粉末に水および発泡剤等を添加して攪拌し、これを約80℃で乾燥させて乾燥体を得た後、所定温度で焼結すること等により得られる。このとき、発泡剤としては例えば過酸化水素やメチルセルロース等の熱分解性有機物質等が使用される。

セラミックス成形体の気孔率は、発泡剤の添加量、セラミックス原料粉末と発泡剤とを含む混合液の粘度調整（粉体／液体比）および混合液の攪拌条件等を選択することにより調節することができる。

【0032】

セラミックス成形体の気孔率は特に限定されず、セラミックス複合体の用途により適宜設定することが可能であるが、特に生体材料として用いられる場合には、セラミックス成形体の少なくとも1つが気孔率15～70%のものであることが好ましい。

【0033】

また、接合されるセラミックス成形体は、その組成が相異なるものであっても、同じものであってもよいが、同じ組成であることが好ましい。

組成が相異なる場合、接合されるセラミックス成形体の熱収縮率に大きな差が

生じ、焼結過程で接合不良を生じるおそれがある。

【0034】

セラミックス成形体を構成する材料としては、いかなるものであってもよいが、特に生体安全性および生体適合性を有する、いわゆる生体材料として適用可能なセラミックス原料が好ましい。

【0035】

生体材料として用いられるセラミックス原料としては、アルミナ、ジルコニア、リン酸カルシウム系化合物等が挙げられるが、なかでもリン酸カルシウム系化合物が好ましい。リン酸カルシウム系化合物は、生体内で長期間安定に存在することができ、生体材料として特に優れている。

【0036】

リン酸カルシウム系化合物としては、例えば、ハイドロキシアパタイト ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$)、TCP ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$)、 $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 、 $\text{Ca}(\text{PO}_3)_2$ 、 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ 、 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2$ 、DCPD ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、 $\text{Ca}_4\text{O}(\text{PO}_4)_2$ 等が挙げられ、これらのうち1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0037】

このようなリン酸カルシウム系化合物は、 Ca/P 比が1.0～2.0のものが好ましい。 Ca/P 比がこの範囲にあるリン酸カルシウム系化合物は、優れた生体安定性、生体適合性を備えるため、生体材料として適している。なお、セラミックス成形体が複数のリン酸カルシウム系化合物からなる混合物である場合、混合物の Ca/P 比が上記の範囲にあることが好ましい。

【0038】

さらに、リン酸カルシウム系化合物としては、ハイドロキシアパタイトが特に好ましい。ハイドロキシアパタイトは、骨や歯の組織に類似する構造であるため人工骨、人工歯根等の生体材料に非常に適している。

【0039】

上記のようなセラミックス成形体の接合面に、接合用セラミックスの一次粒子が分散したスラリーを介在させる。

これにより、例えばセラミックス成形体の少なくとも一方が多孔体である場合、接合面に存在する孔に接合用セラミックスが埋入することにより、他方のセラミックス成形体との接触面積の増加やアンカー（投錨）効果が得られ、接合強度を向上させることができる。

【0040】

さらに、接合用セラミックスは一次粒子であるため、焼結により粒成長が起こり溶着状態となって、セラミックス成形体どうしを接合する機能を発揮する。また、焼結後の接合用セラミックスは成形体と同様の強度を備えるため、接合面における強度の低下を招くおそれがなく、均一な強度を有するセラミックス複合体が得られる。

【0041】

また、従来、接合用材料として用いられてきたバインダーのように、水溶性ポリマー等を含有させないため、複合体中に有機成分が残留するおそれがなくセラミックス複合体の生体安全性がより向上する。さらに、本発明に用いられるスラリーは、水溶性ポリマー等の高粘性物質を含まないため、接合用セラミックスを均一に分散させることが容易であり、作業性や取扱性に優れる。

【0042】

接合用セラミックスの一次粒子が分散したスラリーは、例えば、接合用セラミックスがリン酸カルシウム系セラミックスである場合、水酸化カルシウムスラリーにリン酸水溶液を滴下する公知の湿式合成により、リン酸カルシウム系セラミックス粒子（一次粒子）が分散したスラリーとして得られる。

【0043】

接合用セラミックスは、接合されるセラミックス成形体のうち少なくとも1つを構成するセラミックス原料と同一のものであることが好ましい。

これにより、同一のセラミックス原料からなるセラミックス成形体との間には異種材料からなる相との接合面が形成されることがなく、接合強度の向上を図ることができる。

【0044】

接合用セラミックスとしては、上記セラミックス成形体を構成するセラミック

ス原料と同様のものを用いることができる。

【0045】

なかでも、接合用セラミックスとしては、セラミックス成形体の場合と同様の理由により、リン酸カルシウム系化合物が好ましく、Ca/P比が1.0～2.0であるものがより好ましく、ハイドロキシアパタイトが特に好ましい。

【0046】

接合用セラミックスのスラリー中における含有量は、特に限定されないが、0.1～20 vol%程度であることが好ましい。接合用セラミックスの含有量が0.1 vol%未満であると、接合用セラミックスによる接合効果が十分に得られず、接合強度が不足する場合がある。一方、20 vol%を超えるとスラリーの流動性が低下し、取扱性や作業性が低下するおそれがある。

【0047】

接合用セラミックスの粒径（一次粒子径）は、0.05～0.5 μm であることが好ましく、0.1～0.3 μm がより好ましい。

接合用セラミックスの粒径が0.05 μm 未満である場合、スラリー中の接合用セラミックスの割合が相対的に小さくなり、十分な接合効果が得られないおそれがある。また、粒径が0.5 μm を超えると、スラリー中の接合用セラミックスの密度を均一に保つことができない場合等があり、焼結ムラや接合強度のムラを生じるおそれがある。

【0048】

上記スラリーをセラミックス成形体の接合面に付与する方法としては、例えば、接合面にスラリーを塗布、含浸、噴霧、滴下する方法や、セラミックス成形体の接合面をスラリー中に浸漬させる方法等が挙げられ、これらの方法の組合せや、その他いかなる方法をも用いることができる。

【0049】

本発明のセラミックス複合体の製造方法において、用いられる焼結方法としては、例えば、常圧焼結法、熱プラズマ焼結法、マイクロ波焼結法等の無加圧焼結法や、ホットプレス法（HP）、放電プラズマ焼結法（SPS）、熱間等方加圧焼結（HIP）等の加圧焼結法のいずれであってもよいが、本発明では、無加圧

焼結法によることがより好ましい。

【0050】

無加圧焼結法は、加圧焼結法に比べて装置および工程を簡易なものとしてことができ、製造効率を向上させることができる。また、加圧焼結法では困難な形状のセラミックス複合体も製造することが可能であり、形状の自由度が大きい。

【0051】

焼結温度は、成形体の材料や焼結方法により適宜設定されるが、900～1300℃であることが好ましく、1000～1200℃がより好ましい。焼結温度が900℃未満の場合、焼結不良により接合強度が十分に得られない場合がある。一方、1300℃を超える場合、セラミックス成形体を構成するセラミックス原料および接合用セラミックスが熱により分解し、良好なセラミックス複合体が得られない場合がある。

【0052】

なお、上述のように焼結により接合されるセラミックス成形体としては、焼結体であっても未焼結体のいずれであってもよく、また、焼結体と未焼結体とを本発明のスラリーを介在させて焼結し接合してもよい。

【0053】

このような本発明の方法により製造されるセラミックス複合体は、セラミックス成形体どうしが連続的に接合して完全に一体化し、強度も均一であり、接合面における強度の低下や層間剥離、クラック等を生じるおそれがない。

さらに、セラミックス成形体を構成するセラミックス原料および接合用セラミックスとして、ハイドロキシアパタイト等の生体材料を用いた場合、人工歯根、椎体スペーサ等の骨補填材として好ましく用いられる。

【0054】

また、接合用材料として樹脂等を含まず、セラミックスの一次粒子が分散したスラリーが用いられるため、セラミックス複合体中に樹脂成分等が残留するおそれが全くない。したがって、このような成分の溶出等により生体安全性が損なわれることはない。

【0055】

さらに、本発明のセラミックス複合体は、一体でありながら部分的に性状を変化させることができるため、例えば骨補填材において、骨や組織と接触する部分は多孔質であって体液等との接触を積極的に図ることにより組織との親和性を向上させ、一方、移植部分を固定したり、骨補填材を支持する部分を緻密質として優れた強度を備えるものとすることができる。これにより、良好な生体親和性と強度とを兼ね備える優れた骨補填材とすることができる。

【0056】

以上、本発明のセラミックス複合体の製造方法およびかかる方法で製造されるセラミックス複合体について説明したが、本発明はこれらに限定されるものではなく、例えば、セラミックス成形体はセラミックス原料のみからなる材料を用いる他、チタン等の生体為害性の少ない金属材料を含有するものであってもよい。

【0057】

【実施例】

次に、本発明の具体的実施例について説明する。

【0058】

1. セラミックス複合体の製造

(実施例1)

公知の湿式合成法により、Ca/P比が1.67、一次粒子径が0.1 μ mのハイドロキシアパタイトを合成し、かかるハイドロキシアパタイトの一次粒子の含有量が10vol%であるスラリーを得た。

【0059】

一方、湿式合成法により得られたハイドロキシアパタイトを噴霧乾燥させることにより、球状粉体（二次粉体）を造粒し、これを700℃で仮焼結した後、粉砕した。

次に、このハイドロキシアパタイト粉体をメチルセルロース等の天然高分子化合物の水溶液中に所定の割合で加え、攪拌することにより混合液を発泡させた後、約80℃で乾燥させることにより図1に示すような未焼結のセラミックス成形体3およびセラミックス成形体5を各々作製した。なお、セラミックス成形体5の上面の中央付近には、気孔率がより大きい側であることを表す目印として2つ

の穴 51 を設けた。

【0060】

次に、図 1 に示すように、セラミックス成形体 3 の接合面 35 に先に調製したスラリー 4 を適量塗布し、その上に図 2 のようにセラミックス成形体 5 を重ねた。

この状態で常圧焼結法により、焼結温度 1200℃ で 2 時間焼結して、セラミックス複合体からなる頸椎スペーサ 1 を得た。焼結後において、頸椎スペーサ 1 のセラミックス成形体 3 の部分は気孔率 30%、セラミックス成形体 5 の部分は気孔率 55% であった。

【0061】

得られた頸椎スペーサ 1 は、図 3 に示すように幅 15mm、最大長さ 20mm、高さ 7mm の略直方体であって、対向する 2 面には脱落防止のための波形にカットされた係合溝 33 (53) が形成されている。

【0062】

(実施例 2)

焼結後におけるセラミックス成形体 3 の気孔率を 40%、セラミックス成形体 5 の気孔率を 50% とした以外は実施例 1 と同様にして頸椎スペーサ 1 を作製した。

【0063】

2. セラミックス複合体の接合状態の評価

実施例 1 および 2 で製造された頸椎スペーサ 1 について接合面の状態について肉眼および電子顕微鏡による観察により評価を行った。

【0064】

各実施例で製造された頸椎スペーサ 1 は、図 3 に示すように気孔率の異なるセラミックス成形体 3 とセラミックス成形体 5 とが連続的に完全に一体化しており、肉眼では接合面を判別することができなかった。

【0065】

また、実施例 2 で作製された頸椎スペーサ 1 を接合面と垂直に交わる面で切断し、切断面における接合面付近を電子顕微鏡で観察した。

切断面における接合面付近の状態を40倍に拡大した電子顕微鏡写真を図4に示す。写真の右側が気孔率40%のセラミックス成形体3由来の部分、左側が気孔率50%のセラミックス成形体5由来の部分である。

【0066】

図4に示す写真からも明らかなように、気孔率が異なる部分の間に接合面はみられず、また、両者間にはセラミックス成形体由来の部分と区別される異質の層が全くみられないことがわかる。

また、実施例1で作製された頸椎スペーサについても同様に肉眼および電子顕微鏡による観察を行ったが、接合面は全くみられず同様の観察結果が得られた。

【0067】

3. セラミックス複合体からなる頸椎スペーサの適用

実施例1および2で作製された頸椎スペーサ1を各々2個ずつ用意した。

まず、2椎体1椎間の頸椎前方除圧固定術が必要な被験者に対し、脊髄の圧迫範囲に相当する椎体部分を切除して頸椎前方除圧固定術を行い頸椎10を除圧した。頸椎10を除圧後、2つの頸椎スペーサ1を気孔率の小さい部分どうしが内側に、気孔率の大きい部分が外側に位置するように重ね合わせ、図5および図6に示すように頸椎10の間に挿入し、係合溝33(53)を椎体12および14に係合させて固定した。なお、図5は頸椎スペーサ1を頸椎10に固定した状態を示す正面図、図6は頸椎スペーサ1を頸椎10に固定した状態を示す側面図である。

【0068】

これにより、頸椎の狭窄部分は良好に拡大され、かつその状態を維持することができた。

また、X線撮像による観察の結果、術後直後では頸椎スペーサ1と椎体12および14間の境界部に隙間を示す透明層がみられたが、この透明層は術後早期のうちに骨癒合により消失した。

【0069】

さらに、内側に位置する気孔率が小さい部分において頸椎スペーサ1全体の強度を維持しているため、頸椎の間隔を維持することができた。

【0070】

【発明の効果】

以上述べたように、本発明のセラミックス複合体の製造方法によれば、簡易な方法で複数のセラミックス成形体を高い接合強度で接合することができる。また、接合面に接合用セラミックスの一次粒子を含むスラリーを介在させて接合するため、焼結により優れた接合強度が得られ、セラミックス成形体どうしが連続的に一体化し、接合面で強度の低下等もみられない。

【0071】

また、本発明の方法によれば、接合されるセラミックス成形体の形状や組成等に制限がなく、例えば、複雑な形状のセラミックス複合体であっても容易に製造することができ、多孔体から緻密度の高い成形体まで任意の組合せで接合が可能である。これにより、例えば、気孔率等の相違するセラミックス成形体を接合させた場合、それぞれの部分において生体親和性および高い強度等、必要とされる機能を発揮させることができる。

【0072】

さらに、スラリー中に樹脂成分からなるバインダー等を含まないため、セラミックス複合体中に樹脂成分等が残留したり、生体中に溶出する等のおそれがない。したがって、このようなセラミックス複合体は生体安全性、生体親和性と強度とを合わせもつ骨補填材等として広く応用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明のセラミックス複合体の製造方法の一例を示す概略図である。

【図2】

本発明のセラミックス複合体の製造方法の一例を示す概略図である。

【図3】

本発明のセラミックス複合体の一例を示す上面図である。

【図4】

セラミックス複合体の切断面における接合面付近の状態を示す図面代用写真である。接合面付近を40倍に拡大した電子顕微鏡写真である。

【図5】

頸椎スペーサを頸椎に固定した状態を示す正面図である。

【図6】

頸椎スペーサを頸椎に固定した状態を示す側面図である。

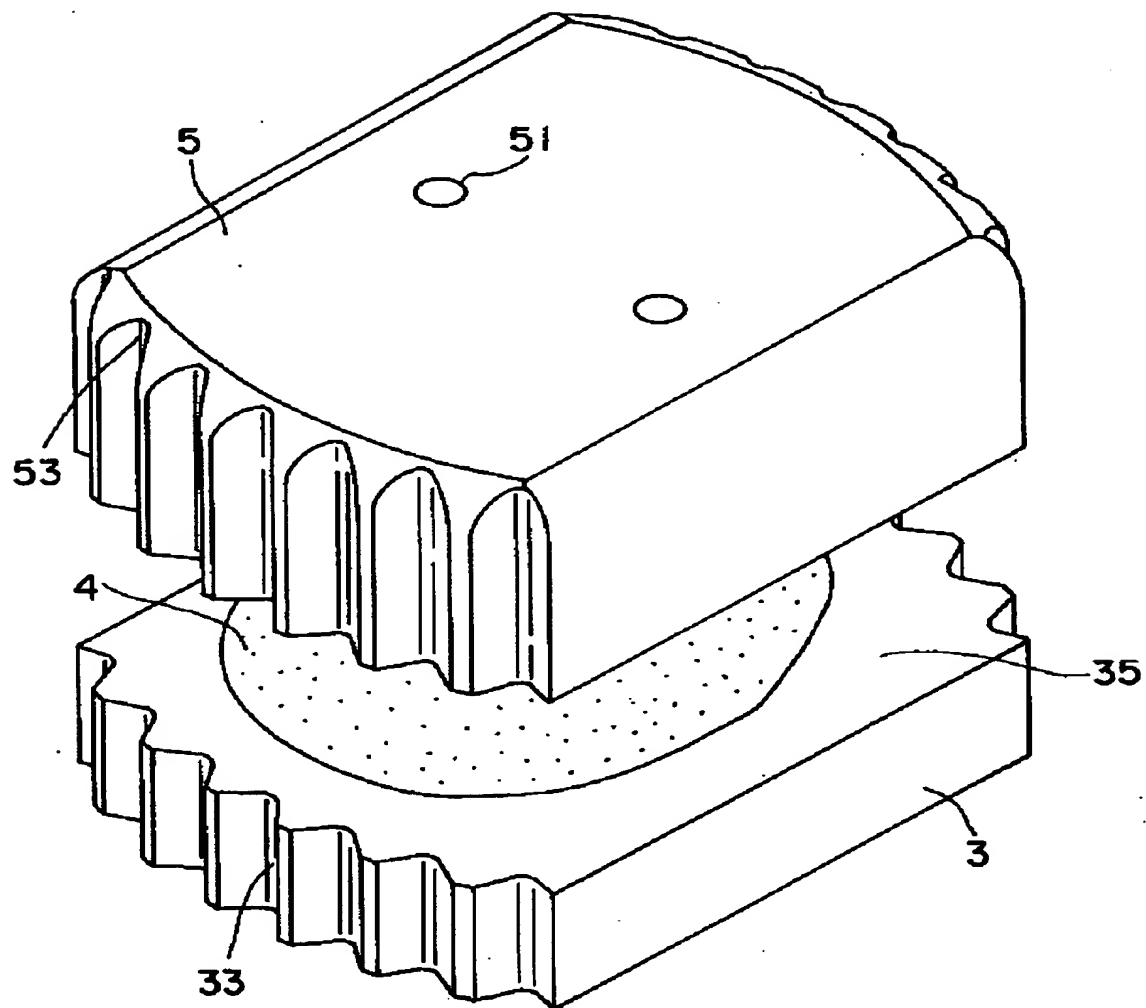
【符号の説明】

1	頸椎スペーサ（セラミックス複合体）
10	頸椎
12、14	椎体
3	セラミックス成形体
33	係合溝
35	接合面
4	スラリー
5	セラミックス成形体
51	孔
53	係合溝

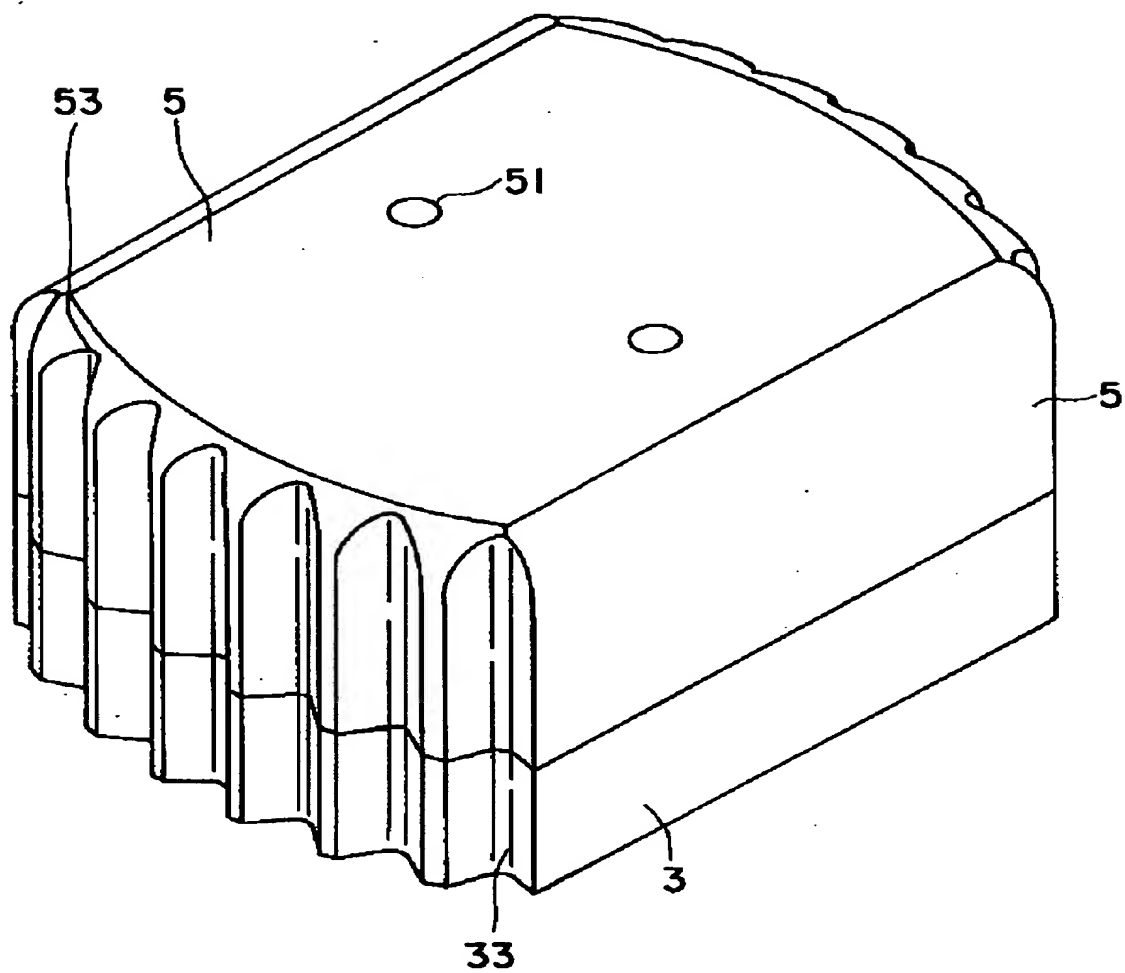
【書類名】

図面

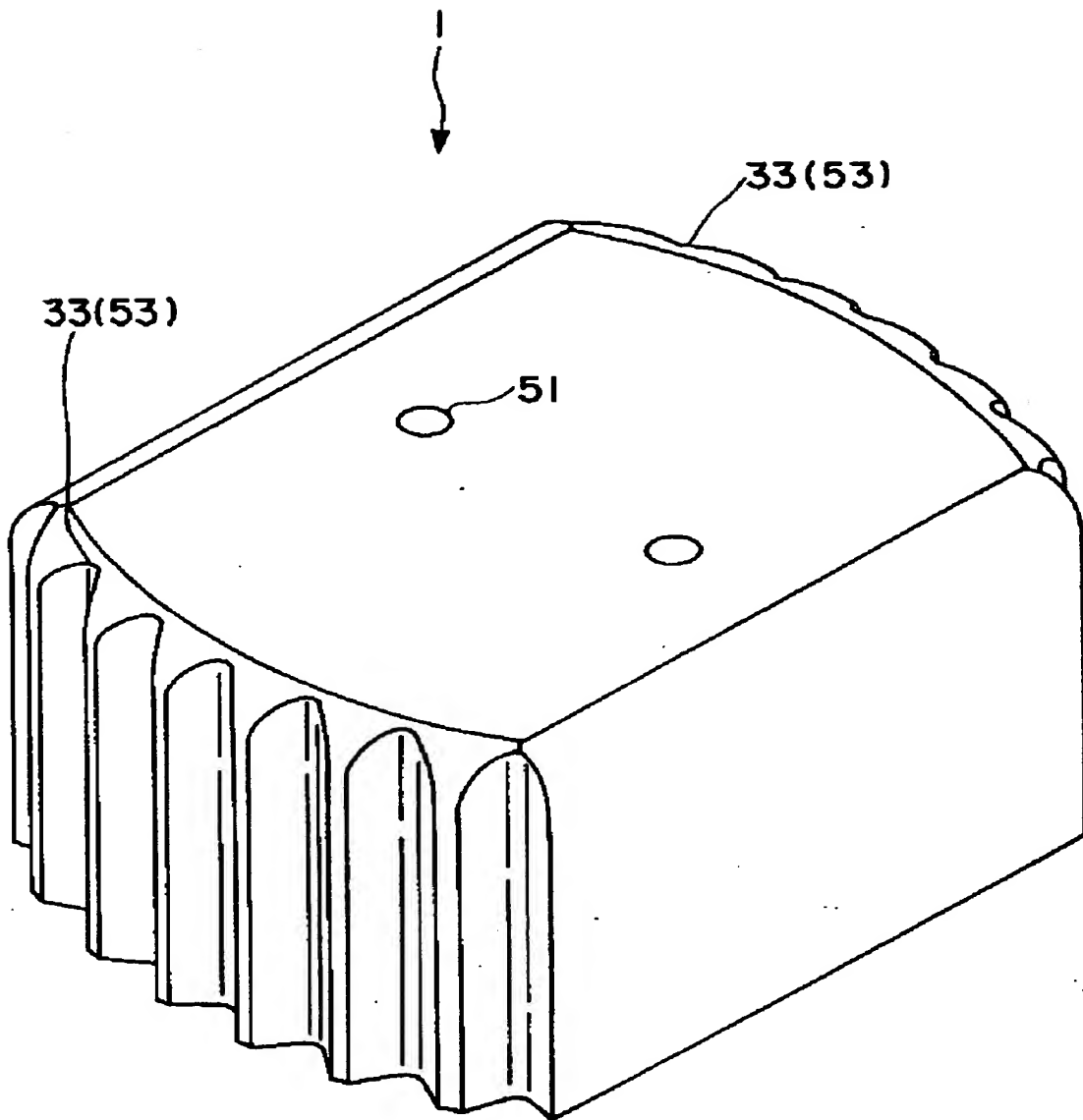
【図1】



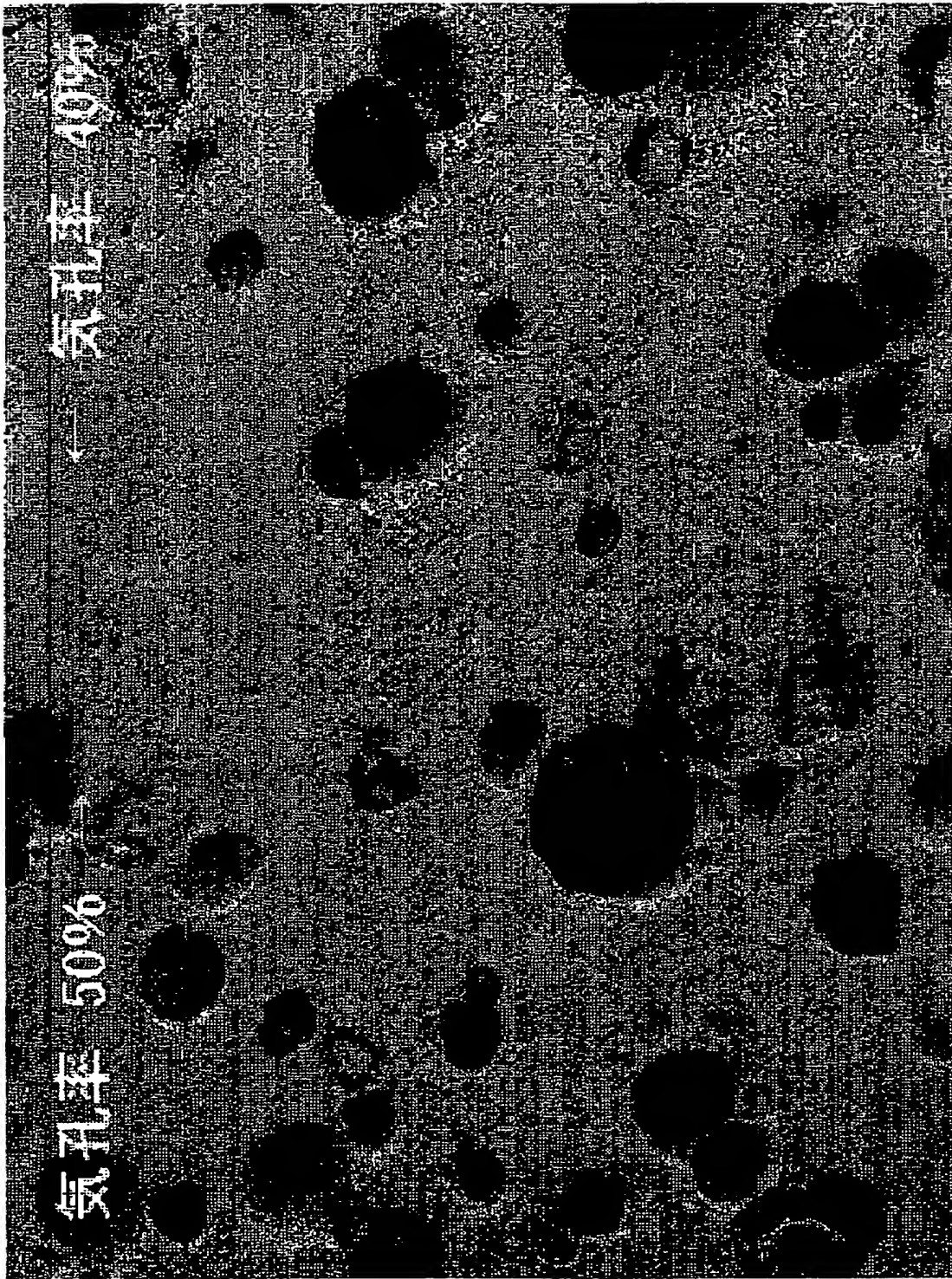
【図2】



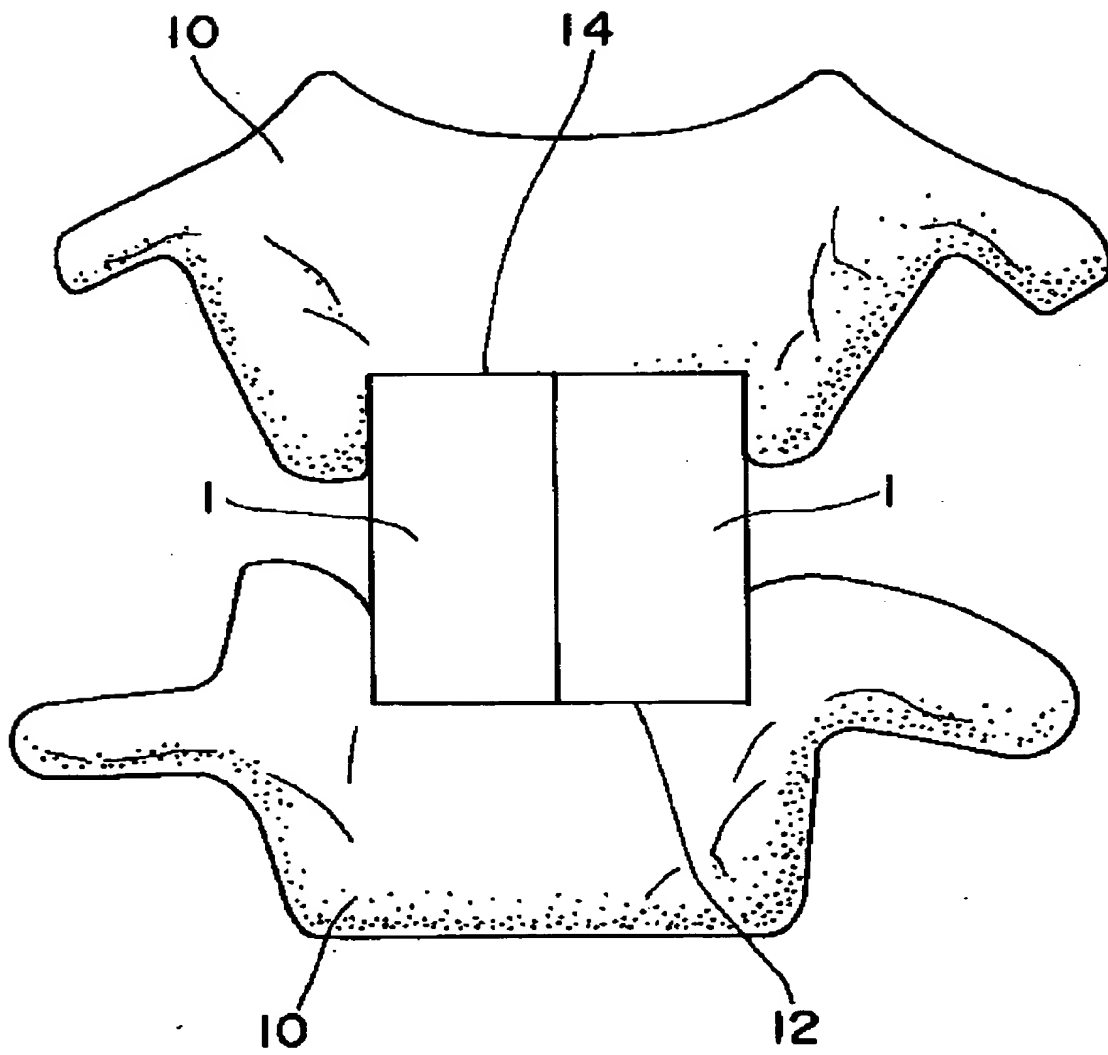
【図3】



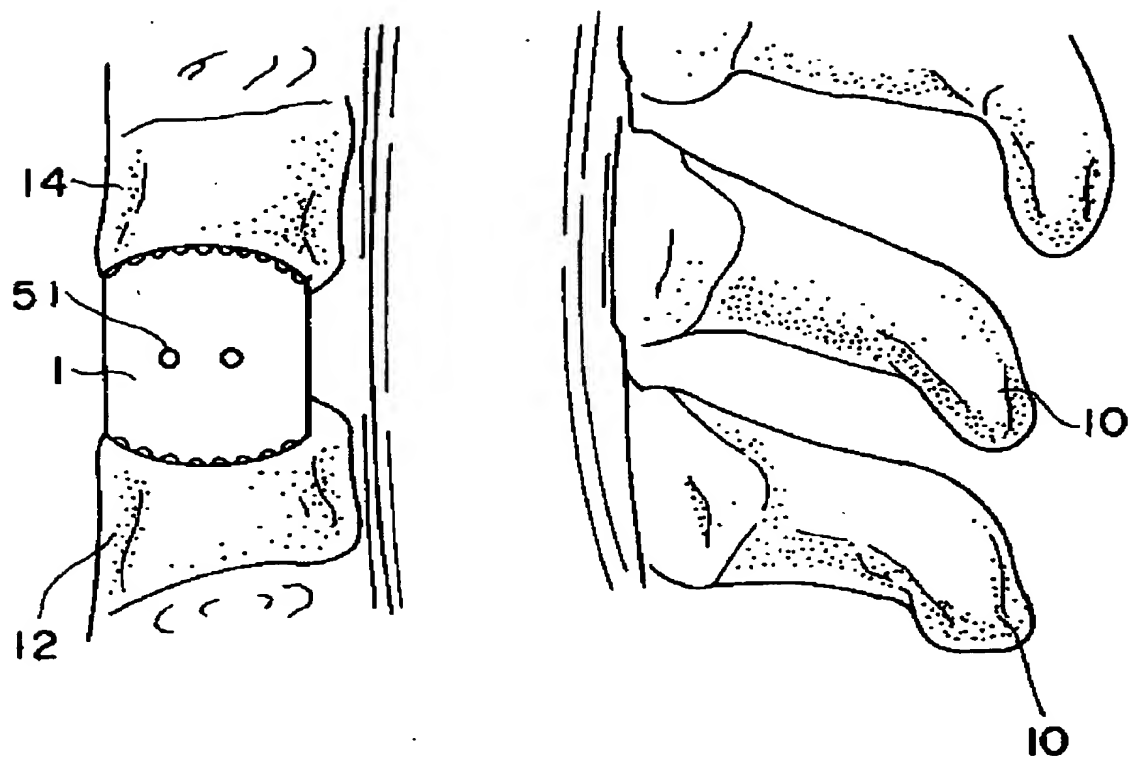
【図4】



【図5】



【図6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】簡易な方法で、生体親和性および生体安全性に優れ、かつ必要な強度を備えるセラミックス複合体を製造できるセラミックス複合体の製造方法およびかかる方法により製造されるセラミックス複合体を提供する。

【解決手段】複数のセラミックス成形体が接合されてなるセラミックス複合体の製造方法において、セラミックス成形体3とセラミックス成形体5との間の接合面35に接合用セラミックスの一次粒子が分散したスラリー4を介在させて焼結する。接合用セラミックスは、セラミックス成形体3、5のうち少なくとも1つを構成するセラミックスと同一のものであることが好ましい。

【選択図】 図1

【書類名】 職権訂正データ
【訂正書類】 特許願

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成10年11月30日

【特許出願人】

【識別番号】 000000527

【住所又は居所】 東京都板橋区前野町2丁目36番9号

【氏名又は名称】 旭光学工業株式会社

【代理人】 申請人

【識別番号】 100091292

【住所又は居所】 東京都港区西新橋1丁目18番9号 西新橋ノアビル4階 朝比・増田特許事務所

【氏名又は名称】 増田 達哉

【選任した代理人】

【識別番号】 100091627

【住所又は居所】 東京都港区西新橋1丁目18番9号 西新橋ノアビル4階 朝比・増田特許事務所

【氏名又は名称】 朝比 一夫

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号 [000000527]

1. 変更年月日	1990年 8月10日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都板橋区前野町2丁目36番9号
氏 名	旭光学工業株式会社